

?S PN=JP 6251862

S2

1

PN=JP 6251862

?T S2/5

2/5/1

DIALOG(R)File 352:Derwent WPI

(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

010961645 \*\*Image available\*\*

WPI Acc No: 1996-458594/199646

XRPX Acc No: N96-386560

Ceramic heat emitting body used in heater for glow plug performing start assistance of diesel engine - includes ceramic sintered body which is manufactured from preform made from silicon nitride or aluminium nitride as its main constituent

Patent Assignee: KYOCERA CORP (KYOC )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 6251862	A	19940909	JP 9338689	A	19930226	199646 B
JP 3078418	B2	20000821	JP 9338689	A	19930226	200043

Priority Applications (No Type Date): JP 9338689 A 19930226

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 6251862	A		6	H05B-003/18	
JP 3078418	B2		6	H05B-003/18	Previous Publ. patent JP 6251862

Abstract (Basic): JP 6251862 A

The body is composed of a heat emission resistor arranged within a ceramic sintered body. The heat emission resistor is composed of inorganic electrically conductive material. A preform is composed of silicon nitride or aluminium nitride as its main ingredient.

Content objects (4) is made of carbonisation material, silicide and nitride of a metal whose thermal coefficient of expansion is greater than constituent of the preform. Content objects are included within the preform. The ceramic sintered body is prepared from the preform. Particles of content object having diameter in the range of 3-25micrometers are distributed at the rate of 3-25% by weight within the preform.

USE/ADVANTAGE - In ignition device. Enables prolonged operation. Raises durability. Prevents insulation deterioration at very high temperature. Improves oxidation resistance nature. Improves operational reliability.

Dwg.1/3

Title Terms: CERAMIC; HEAT; EMIT; BODY; HEATER; GLOW; PLUG; PERFORMANCE; START; ASSIST; DIESEL; ENGINE; CERAMIC; SINTER; BODY; MANUFACTURE; PREFORM; MADE; SILICON; NITRIDE; ALUMINIUM; NITRIDE; MAIN; CONSTITUENT

Derwent Class: Q73; X22; X25

International Patent Class (Main): H05B-003/18

International Patent Class (Additional): F23Q-007/00; H05B-003/14

File Segment: EPI; EngPI

**THIS PAGE BLANK (USPIC)**

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-251862

(43)公開日 平成6年(1994)9月9日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
H 0 5 B 3/18		7367-3K		
F 2 3 Q 7/00	X	9334-3K		
H 0 5 B 3/14	D	7367-3K		

審査請求 未請求 請求項の数 2 OL (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平5-38689

(22)出願日 平成5年(1993)2月26日

(71)出願人 000006633

京セラ株式会社

京都府京都市山科区東野北井ノ上町5番地の22

(72)発明者 大野 三千雄

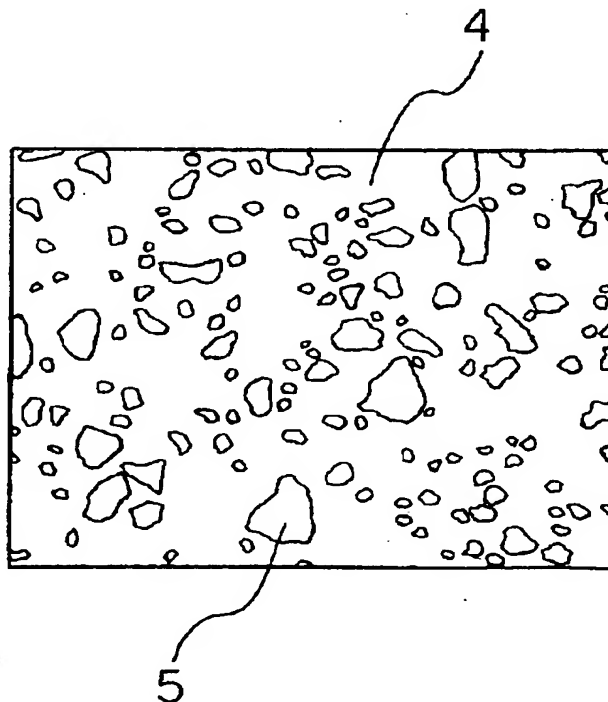
鹿児島県国分市山下町1番1号 京セラ株式会社鹿児島国分工場内

(54)【発明の名称】 セラミック発熱体

(57)【要約】

【目的】発熱抵抗体及び基体の耐酸化性を向上させ、かつ高温での絶縁抵抗の劣化を防止し、長時間の連続稼動が可能で、複雑な構造を必要としない耐久性と信頼性に優れたセラミック発熱体を得る。

【構成】セラミック焼結体2中に無機導電材から成る発熱抵抗体3を埋設したセラミック発熱体1であって、セラミック焼結体2が窒化珪素または窒化アルミニウムを主成分とする母材4中に、含有物5として母材4より大きい熱膨張係数を有する金属の炭化物、珪化物、窒化物および硼化物より選ばれ、平均粒径が3~25 $\mu$ mである一種以上の粒子を3~25重量%の割合で分散含有する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】セラミック焼結体中に無機導電材から成る発熱抵抗体を埋設したセラミック発熱体において、前記セラミック焼結体が窒化珪素または窒化アルミニウムを主成分とする母材に、該母材より熱膨張係数が大なる金属の炭化物、珪化物、窒化物および硼化物より選ばれた一種以上を3～25重量%含有し、かつ該含有物の平均粒径が3～25 $\mu$ mであることを特徴とするセラミック発熱体。

【請求項2】前記セラミック焼結体中に埋設した発熱抵抗体の少なくとも発熱部における両電極間の絶縁抵抗が、1400℃で10.0k $\Omega$ /mm以上であることを特徴とする請求項1記載のセラミック発熱体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明はディーゼルエンジンの始動補助用グローブプラグや、各種燃焼機器の点火用及び各種加熱機器や測定機器の加熱用ヒーター等に用いられる高温用のセラミック発熱体に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来よりディーゼルエンジンの始動促進に用いられるグローブプラグや各種点火用及び加熱用ヒーターとして、耐熱金属製のシース内に耐熱絶縁粉末を充填し、該耐熱絶縁粉末中にニッケル(Ni)ークロム(Cr)等を主体とする高融点金属線から成る発熱抵抗体を埋設したシーズヒーターや、高電圧の火花放電を利用する各種点火装置が使用されていた。

【0003】しかしながら、前記シーズヒーターは耐熱金属製のシース内に充填された耐熱絶縁粉末を介して発熱抵抗体の熱を伝えるため、短時間の急速昇温が困難でありその上、耐摩耗性や耐久性に劣るという問題がある他、前記火花放電を利用した各種点火装置も、点火時に雑音等の電波障害を生じたり、確実な点火という観点からの信頼性に欠け、未着火の場合の安全性に問題がある等の欠点があった。

【0004】そこで、短時間の急速昇温が可能で、電波障害が発生せず、しかも確実に点火して安全性を確保し、耐摩耗性と耐久性に優れた信頼性の高い発熱体として、無機導電材から成る発熱抵抗体をセラミック焼結体中に埋設したセラミック発熱体が、1000℃前後のヒーターとして内燃機関のグローブプラグをはじめ、広く利用されるようになってきた。

【0005】前記セラミック発熱体としては、例えば図3に示すように高融点金属の一種であるモリブデン(Mo)の珪化物を発熱抵抗体15としたり、該モリブデン(Mo)の珪化物を含有した絶縁体を発熱抵抗体の基体16とするものが提案されている(特開平2-51235号公報参照)。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、前記セ

ラミック発熱体17を1000℃前後のヒーターとして急速昇温すると、飽和温度が1300℃以上の高温となり、前記発熱抵抗体15が酸化して抵抗変化を起こし、高温耐久性が劣化する恐れがあるため、ブレーキングコイル18等の部品を余分に設けて温度を下げて使用しなければならず、また、前記基体16に関しても1300℃を超える高温下では絶縁抵抗が低下し、前記同様に高温耐久性に劣る恐れがあり、複雑な構造の上、高コストとなる等の課題がある。

## 【0007】

【発明の目的】本発明は前記欠点に鑑み開発されたもので、その目的は発熱抵抗体及び基体の耐酸化性を向上させ、かつ高温での絶縁抵抗の劣化を防止した長時間の連続稼動が可能で、複雑な構造を必要とせず、耐久性に優れたセラミック発熱体を提供することにある。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】本発明のセラミック発熱体は、母材が窒化珪素または窒化アルミニウムを主成分とし、該母材より大きい熱膨張係数を有する金属の炭化物、珪化物、窒化物および硼化物より選ばれた一種以上を3～25重量%含有し、かつその含有物が3～25 $\mu$ mの平均粒径を有するセラミック焼結体中に無機導電材から成る発熱抵抗体を埋設し、とりわけ前記セラミック焼結体中に埋設した発熱抵抗体の発熱部における両電極間の絶縁抵抗が、1400℃の高温において10.0k $\Omega$ /mm以上であることを特徴とするものである。

## 【0009】

【作用】本発明のセラミック発熱体は、母材を窒化珪素または窒化アルミニウムを主成分とし、該母材より大きい熱膨張係数を有する金属の炭化物、珪化物、窒化物および硼化物より選ばれた一種以上を3～25重量%含有させ、かつその含有物が3～25 $\mu$ mの平均粒径を有するセラミック焼結体中に無機導電材から成る発熱抵抗体を埋設することにより、母材の耐酸化性が向上して、高温での耐久性が増すこととなる。

## 【0010】

【実施例】以下、本発明のセラミック発熱体の一実施例を図面に基づき説明する。図1は本発明のセラミック発熱体の基体を成す窒化珪素( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )を主成分とする母材に、含有物がモリブデン(Mo)の珪化物( $\text{MoSi}_2$ )であるセラミック焼結体を示す組織を200倍に拡大した模式図である。

【0011】図1において、2は窒化珪素( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )を主成分とする母材4中に、含有物5として珪化モリブデン( $\text{MoSi}_2$ )の粒子を分散して成るセラミック焼結体である。

【0012】図2は本発明のセラミック発熱体をディーゼルエンジンの始動補助用として使用されるグローブプラグに適用した一実施例を示す断面図である。

【0013】図1及び図2において、1はセラミック焼

結体2中に無機導電材から成る発熱抵抗体3を埋設したセラミック発熱体で、セラミック発熱体1の発熱部6の発熱抵抗体3は、コイル状に密に捲回した無機導電材から成る発熱抵抗線7で構成され、発熱抵抗線7の軸芯方向の断面形状は扁平な楕円形状を成し、基体を成すセラミック焼結体2が、窒化珪素( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )または窒化アルミニウム( $\text{AlN}$ )を主成分とする母材4中に、含有物5として珪化モリブデン( $\text{MoSi}_2$ )の粒子を分散して成るものである。

【0014】前記セラミック発熱体1には、筒状金具8を外嵌めして一方の電極端子として導出し、該筒状金具8と取付金具9をろう接して負電極とし、セラミック発熱体1の後端部には電極取り出し金具10をろう接して他方の電極端子として導出するとともに、端子棒11とも接続して正電極とし、端子棒11にベークライト等の絶縁性ワッシャー12を挿通してナット13で固定することにより、取付金具9の負電極と端子棒11の正電極とが絶縁されたグロープラグ14が構成されている。

【0015】尚、発熱抵抗体3を構成する無機導電材から成るコイル状の発熱抵抗線7は、タングステン(W)、モリブデン(Mo)、レニウム(Re)等の高融点金属またはその合金の他、例えばタングステンカーバイド(WC)、窒化チタン( $\text{TiN}$ )や硼化ジルコニウム( $\text{ZrB}_2$ )等の第4a族、第5a族、第6a族の炭化物または窒化物等から成る線材が好適である。

【0016】本発明のセラミック発熱体を評価するにあたり、まず、高純度の窒化珪素( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )粉末88.4重量%に、焼結助剤としてイッテリビア( $\text{Yb}_2\text{O}_3$ )等の第3a族元素の酸化物を11.6重量%添加混合した原料粉末と、平均粒径が $1.6\mu\text{m}$ 、酸素量が0.9重量%の窒化アルミニウム( $\text{AlN}$ )粉末86.0重量%に、焼結助剤としてイットリア( $\text{Y}_2\text{O}_3$ )を12.0重量%とカルシア( $\text{CaO}$ )を2.0重量%添加混合した原料粉末に、それぞれ母材より大きい熱膨張係数を有する金属、例えばモリブデン(Mo)、クロム(Cr)、チタン(Ti)、タンタル(Ta)等の平均粒径が $3\sim 25\mu\text{m}$ の炭化物、珪化物、窒化物および硼化物より選ばれた一種以上を、その種類と添加量を種々変えて調製したそれぞれの混合物から成る造粒体を使用し、プレス成形法により2種類の母材から成る棒状のセラミック成形体を作製する。

【0017】次に、直径が $0.02\text{mm}$ のタングステン線を捲回したコイル状の発熱抵抗線と、該発熱抵抗線に接続したリード線部を構成するタングステン線とから成る発熱抵抗体を、母材主成分と第3a族元素の酸化物やアルミナ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )、モリブデン(Mo)の珪化物、チタン(Ti)の窒化物等の焼結助剤から成る泥漿中に浸漬して乾燥した後、前記成形体上に載置し、前記組成物を付着した発熱抵抗体を挟むように前記同形状の別のセラミック成形体を重ねて加圧焼成した。

【0018】かくして得られた焼結体の側面を研磨して前記リード線の一部を露出させ、少なくとも該露出部にメタライズ法やメッキ法等によりニッケル(Ni)等の金属被膜を形成した後、筒状金具を外嵌めし、還元ガス雰囲気中で銀ろうにて接合して負電極とし、一方、前記焼結体の端部に露出したリード線に、線材またはキャップ状の金具より成る電極取り出し金具を同様に銀ろうにて接合して正電極として接続し、正負の電極を導出した直径約 $3.4\text{mm}$ の評価用のセラミック発熱体を作製した。

【0019】次いで、前記評価用のセラミック発熱体の一部を使用し、基体中に分散して存在する前記母材より大きい熱膨張係数を有する金属の炭化物、珪化物、窒化物および硼化物等の含有量をICP発光分光分析法にて測定するとともに、前記セラミック発熱体の断面を研磨加工した後、研磨面を走査型電子顕微鏡にて撮影し、写真より前記含有物の平均粒径を求めた。

【0020】また、前記セラミック発熱体と同様にして作製した略並行に埋設した発熱部の発熱抵抗線の間隔とほぼ同寸法の電極部を有する評価用試料を用いて、前記発熱抵抗線に通電して加熱し、放射温度計にて表面温度を測定しながら、 $1400^\circ\text{C}$ に保持した時の前記発熱部の両電極間の抵抗を測定し、単位距離当たりの抵抗値を算出して絶縁抵抗とした。

【0021】一方、他の前記評価用のセラミック発熱体を使用し、 $14\text{V}$ の直流を2分間通電して $1450^\circ\text{C}$ まで急速昇温した後、通電を停止して2分間圧搾空気を吹きつけ強制冷却する工程を1サイクルとする高負荷耐久試験を、断線して発熱しなくなるまで継続した。以上の結果を表1及び表2に示す。

【0022】

【表1】

試料 番号	母 材 主成分	含 有 物			絶縁抵抗 1400 °C (kΩ/mm)	高 温 耐久試験 1400 °C (サイクル)
		種 類	含有量 (wt%)	平均粒径 (μm)		
* 1	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	MoSi <sub>2</sub>	2	12	18.5	10000
2	"	"	3	"	17.5	13000
3	"	"	5	"	16.5	20000
4	"	"	8	"	15.0	24000
5	"	"	10	"	13.0	26000
6	"	"	15	"	11.0	32000
7	"	"	20	"	7.5	21000
8	"	"	25	"	5.0	14000
* 9	"	"	27	"	2.0	2000
* 10	"	"	10	2	1.0	2400
11	"	"	"	3	5.0	14000
12	"	"	"	10	12.0	26000
13	"	"	"	12	13.0	28000
14	"	"	"	15	13.0	24000
15	"	"	"	20	14.5	21000
16	"	"	"	25	15.5	16000
* 17	"	"	"	27	16.5	9800
* 18	"	Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	2	6	13.0	6000
19	"	"	5	"	9.5	13000
20	"	"	10	"	7.0	18000
21	"	"	20	"	5.0	15000
* 22	"	"	27	"	2.0	1800
* 23	"	TiN	2	5	20.0	8500
24	"	"	5	"	17.0	14000
25	"	"	10	"	13.0	18500
26	"	"	20	"	7.0	21000
* 27	"	"	30	"	4.0	9000
* 28	"	CrB <sub>3</sub>	2	"	22.0	8500
29	"	"	5	"	19.0	14000
30	"	"	10	"	12.0	18000
31	"	"	20	"	6.0	19000
* 32	"	"	27	"	4.3	3400
* 33	"	MoSi <sub>2</sub> /Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	2	8	18.0	9800
34	"	"	5	"	16.0	16000
35	"	"	10	"	14.0	19000
36	"	"	20	"	8.0	22000
* 37	"	"	27	"	1.5	1500

\*印を付した試料番号は本発明の請求範囲外のものである。

試料 番号	母 材 主成分	含 有 物			絶縁抵抗 1400 °C (kΩ/mm)	高 温 耐久試験 1400 °C (サイクル)
		種 類	含有量 (wt%)	平均粒径 (μm)		
* 38	AlN	MoSi <sub>2</sub>	2	12	20.0	4500
39	"	"	5	"	17.0	14000
40	"	"	10	"	15.0	16000
41	"	"	20	"	10.0	16000
* 42	"	"	27	"	4.0	5500
* 43	"	"	10	2	4.5	4800
44	"	"	"	5	8.0	13000
45	"	"	"	10	13.0	17000
46	"	"	"	20	16.0	18000
* 47	"	"	"	27	17.0	7500
48	"	Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	"	5	7.0	16000
49	"	TiN	"	"	13.0	17000
50	"	CrB <sub>2</sub>	"	"	6.0	14000
51	"	MoSi <sub>2</sub> /Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	"	"	8.0	18000

\*印を付した試料番号は本発明の請求範囲外のものである。

【0024】その結果、前記含有量が3重量%未満では1400℃の絶縁抵抗は高いものの、高温耐久試験が120000サイクル以下と低く、逆に25重量%を超えると絶縁抵抗が極端に低くなり、一方、前記含有物の平均粒径が3μm未満では絶縁抵抗が5.0kΩ/mm未満となり、逆に25μmを超えると高温耐久試験は10000サイクル以下となるのに対し、本発明のセラミック発熱体では、いずれも1400℃の絶縁抵抗が5.0kΩ/mm以上となり、かつ高温耐久試験も13000サイクル以上であることが確認できた。

#### 【0025】

【発明の効果】叙上の如く、本発明のセラミック発熱体は、母材を窒化珪素または窒化アルミニウムを主成分とし、該母材より大きい熱膨張係数を有する金属の炭化物、珪化物、窒化物および硼化物より選ばれた一種以上を3～25重量%含有させ、かつその含有物が3～25μmの平均粒径を有するセラミック焼結体中に無機導電材から成る発熱抵抗体を埋設したことから、発熱抵抗体及び基体の耐酸化性を向上させ、かつ高温での絶縁抵抗の劣化を防止し、長時間の連続稼動が可能で、複雑な構

造を必要としない耐久性に優れたセラミック発熱体を得ることができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のセラミック発熱体の基体を成す窒化珪素(Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)を主成分とする母材に、含有物がモリブデン(Mo)の珪化物(MoSi<sub>2</sub>)であるセラミック焼結体を示す組織を200倍に拡大した模式図である。

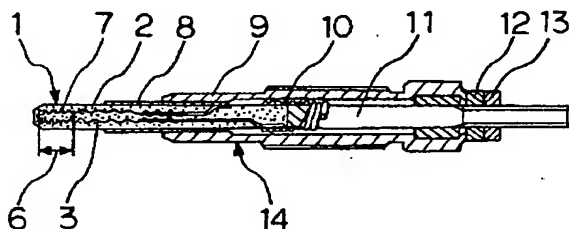
【図2】本発明のセラミック発熱体をディーゼルエンジンの始動補助用に使用されるグローブプラグに適用した一実施例を示す断面図である。

【図3】従来のセラミック発熱体の要部を示す断面図である。

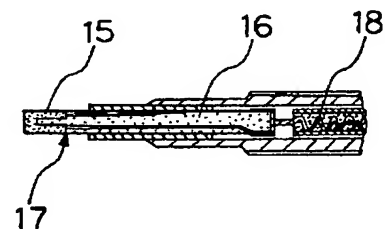
#### 【符号の説明】

- 1 セラミック発熱体
- 2 セラミック焼結体
- 3 発熱抵抗体
- 4 母材
- 5 含有物

【図2】



【図3】



(6)

特開平6-251862

【図1】

